

Über Niobit und ein neues Titanat vom Isergebirge.

Von J. V. Janovsky.

Mit dem Namen Iserin bezeichnet man schwarze, meist abgerundete, seltener krystallisirte, eckige Körner, die auf den Iserwiesen, häufiger aber noch im Flusse und dessen Nebenflüssen gefunden werden. Die Körner sind circa 2 Mm. (die kleinsten, sandigen) bis 2·5 Cm. gross und dem äusseren Aussehen nach sehr ähnlich; dieser Umstand mag die Ursache der flüchtigen Untersuchungen des Iserins sein.

Behufs der Darstellung von Titansäure habe ich eine grössere Quantität des Iserins mir angeschafft; bei näherer Untersuchung derselben fand ich Rutil, Zirkon und ein auffallend hartes und sehr sprödes Korn, circa 1 Cm. gross, das auf der Bruchfläche einen brillanten Halbmetallglanz zeigte und seinem Habitus nach an Columbit erinnerte. Die Untersuchung ergab auch beträchtliche Mengen von Niobsäure. Diese Entdeckung bewog mich, meine mineralogischen Excursionen mehrmals sowohl auf die Iserwiesen als auch nach der Kleiniser Fabrik, bei welcher angeblich im sogenannten „Saphirflössel“ Saphire vorkommen, auszudehnen. Saphire und Rubine konnte ich nicht finden, wohl aber Spinell und Pleonast in sehr schönen Exemplaren, welche wahrscheinlich für Rubin und der blaue Spinell für Saphir gehalten wurden; ferner eine grosse Menge verschiedener Iserinkörner und darunter viel Rutil (Krystalle), ein neues Titanat, das ich später beschreiben will, und Niobit.¹ Das Vorkommen des letzteren ist ein neues, — meines Wissens nach wurde Niobit in Oesterreich noch nicht gefunden — auf der schlesischen Seite im

¹ Ein Exemplar des gefundenen Niobits habe ich Herrn Oberberggrath v. Zepharovich übergeben, der auch die Freundlichkeit hatte, mir werthvolle Aufschlüsse über die gefundenen Mineralien zu geben.

Riesengebirge (Streiberhau) findet sich dagegen nach Websky der seltene Fergusonit (siehe Zeitschr. d. geol. Ges. 17, p. 567). Von den Funden, welche ich später in einer nächsten Abhandlung noch anführen will, habe ich bislang den Niobit und das Titanat quantitativ untersucht.

Untersuchung des Niobits.

Der Niobit (Columbit) gehört zu den seltensten Mineralien und wurde nur bislang in Bodenmais (im Pegmatit), Connecticut, New-Hampshire, Limoges, Grönland, Finnland (Tantalit) gefunden; das Vorkommen im Iser- und Riesengebirge wurde früher nicht beobachtet. Der hier zu besprechende Niobit kommt in eckigen und auch abgewaschenen Körnern, von denen einige noch Quarz und Orthoklaskrystallrudimente enthalten, vor, besitzt die Härte 6, das Volumgewicht = 5.74, einen dunklen braunschwarzen Strich. Der Glanz ist auf der Bruchfläche diamantartig; die Flächen sind, im auffallenden Lichte betrachtet, metallartig gelb-roth schillernd. Ein Durchschliff liess keine fremden Bestandtheile darin wahrnehmen. Die Körner sind selten und fand ich circa in 300 Iserinkörnern 1 Stük davon. Vor wenigen Tagen habe ich auch ein columbitähnliches Mineral neben schwarzem glänzenden Tantalit (oder Yttrotantalit im Granit) beim Dorfe Proschwitz gefunden ¹), und deutet dessen Fund sowie auch die anderen Funde auf die Verwandtschaft unserer Granite mit den bayerischen Graniten (bez. Pegmatiten). Da die Analyse der niobhaltigen Mineralien sehr schwierig ist, so will ich die Methode im Folgenden angeben; es ist dieses um so wichtiger, als die Methoden, die wir bislang haben, nur approximative Resultate geben und somit vielleicht später eine Controle der Analysen erwünscht wäre.

Das Mineral wurde behufs Abscheidung der Metallsäuren zweimal mit Kaliumhydrosulfat geschmolzen, zuerst die Schmelze kalt mit Wasser behandelt, dann noch ausgekocht. Die Behandlung mit kaltem Wasser ist wegen etwaigen Mengen von Titansäure unerlässlich. Die Metallsäuren wurden mit Natriumcarbonat und Schwefel geschmolzen, dann die Masse behufs Entfernung

¹ Ich behalte mir vor, bald darüber ausführlicher zu berichten.

von Wolframsäure und Zinnsäure mit Wasser ausgelaugt. Das S_6S_2 und W_6S_3 wurde durch Glühen im Sauerstoffstrome in Säuren überführt, dann mit Wasserstoff reducirt und der Rückstand von Wolfram und Zinn mit verdünnter Salzsäure behandelt, die Trennung dann wie gewöhnlich ausgeführt.

Die Niob- und Tantal säure trennte ich nach der Marignac'schen Methode; dabei ist Folgendes zu bemerken: Das Aufschliessen mit Fluorkalium geht leicht und glatt von statten, wenn die zehnfache Menge des Salzes verwendet wird; das Erhitzen geschieht am besten in einer Schale über der Gebläselampe. Der Rückstand, der beim Schmelzen vollkommen klar und dünnflüssig sein muss, ist beim Erkalten weiss und löst sich im heissen Wasser bei Zusatz von 2—3 Tropfen Flusssäure vollständig klar auf. Beim Einengen scheidet sich das Tantal kalium-Fluorid (Ka_2TaF_7) in feinen biegsamen verfilzten Nadeln aus (etwa so wie Anthrachinon aus CrO_3), die vollständig weiss sind und sich gut decantiren lassen, man muss es auf ein möglichst kleines Volumen einengen, da sonst erhebliche Mengen Tantal in Lösung bleiben.

Das Salz wurde nicht als solches gewogen (ich fand durch Controlversuche dabei immer die Resultate um 2—3% zu hoch), sondern nach dem Trocknen mit concentrirter Schwefelsäure abgeraucht und dann mit Wasser zersetzt. Die Tantal säure muss dann stark geglüht werden, da sie leicht Schwefelsäure zurückhält. Aus oben angeführtem Grunde wurde auch die Niob säure mit Schwefelsäure und Wasser aus dem Filtrate abgetrennt. Die Tantal säure behält auch nach dem Glühen immer einen geringen gelblichen Stich, die Niob säure ist vollkommen rein weiss wie Titansäure.

Die wässrige Lösung der Schmelze wurde mit Schwefelwasserstoff behandelt, ergab aber nur Spuren von Blei und Kupfer. Das Filtrat trübte sich nicht bedeutend beim Einkochen, was darauf hindeutet, dass geringe nicht bestimmbar Mengen von Titansäure zugegen waren.

Das Eisen wurde von Mangan mit Ammoniak getrennt. Das resultirende Eisenoxyd mit Kaliumhydro-sulfat geschmolzen, in wenig Wasser gelöst, gab einen nach dem Auswaschen mit Kaliumsulfatlösung weissen Rückstand, der sich bei genauer

Untersuchung als Zirkonerde¹ erwies. (Thorium und Cermetalle konnten nicht nachgewiesen werden.) Die Zirkonerde wurde aus salzsaurer Lösung mit Ammon gefällt. Kalk wurde nicht gefunden, Magnesia spurweise.

Die Quantitativ-Analyse ergab n. z. 1. in einer Parthie von 1.032 Gr. Substanz bestimmt, (Bruchtheile sehr rein), 2. ebenfalls rein, Subst. = 0.871, 3. 0.597 und 4. 0.468 (abgerundete Körner)
Volumg. = 5.74

		1	2	3	4
Nb ₂ O ₅	Niobsäure	= 62.64	62.25	61.98	62.03
Ta ₂ O ₅	Tantalsäure	= 16.25	16.31	17.12	16.55
FeO	Eisenoxydul	= 13.06	13.22	—	—
MnO	Manganoxydul	= 6.11	5.70	—	—
ZrO ₂	Zirkonerde	= 0.48			
SnO ₂	Zinnsäure	= 0.41			
W ₆ O ₃	Wolframsäure	= 1.01			
aq	Wasser	= 0.34			
		100.30.			

Behufs des Nachweises von Eisenoxydul wurde der Niobit mit SO₄H₂ in mit CO₂ gefüllte Glasröhren (eine Methode, die ich schon in Berliner Berichten, Jahrg. 1874, beschrieb) bei 180° behandelt. Merkliche Eisenoxydmengen konnten nicht nachgewiesen werden.

In folgender Tabelle sind die Metall- und Sauerstoffgehalte aus 1.:

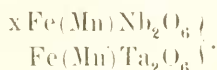
	Metallgehalt		Sauerstoffgehalt		
Nb ₂ O ₅	43.94	Nb	18.698	} 21.63	} 25.93.
Ta ₂ O ₅	13.32	Ta	2.928		
FeO	10.16	Fe	2.901	} 4.30	
MnO	4.71	Mn	1.396		

¹ Die Zirkonerde musste hier gefunden werden, weil sie beim Behandeln der Schmelze mit heissem Wasser (s. ob.) in Lösung als schwefelsaures Zirkonerdekalinium übergegangen war.

Aus der ersten Columbe ergibt sich die Menge Ta = 13·32; umgerechnet auf die äquivalente Niobmenge beträgt dies 6·88 — somit die gesammten Säuremetalle als Niob gerechnet = 50·822 Nb. Das Mangan auf Eisen umgerechnet gibt 4·79 mit Eisen = 14·95. Die Atomquotienten berechnen sich zu

$$\begin{aligned} \text{Fe} : \text{Nb} : \text{O} \\ 1 : 1\cdot8 : 6\cdot1, \end{aligned}$$

woraus sich die Formel FeNb_2O_6 ergibt, oder genauer für den speciellen Fall



Auch die Sauerstoffquotienten ergeben $\text{RO} : \text{R}_2\text{O}_5 = 1 : 5\cdot04$.

Das Verhältniss des Ta : Nb = 1 : 6·5, woraus hervorgeht, dass auch dieser Niobit ein isomorphes Gemisch der normalen Tantalate und Niobate des Eisens ist, und bestätigt diese Analyse die Ansicht Ramelsbergs, der zuerst¹ die Columbite derart classifizierte.

Vergleicht man die Vollgewichte mit den in den Columbiten enthaltenen Tantalsäuremengen, so findet man, dass das Vollgewicht eine Function der Tantalsäuremenge ist.

Die Beobachtung, dass das Vollgewicht mit der Tantalsäuremenge wächst, hat zuerst Marignac gemacht.² Ramelsberg hat bei seinen classischen Untersuchungen der niobhaltigen Mineralien seine Resultate auch in der Art übersichtlich geordnet. Mit Zugrundelegung seiner Resultate ergibt sich für den hier besprochenen Columbit, dass derselbe zwischen dem Niobit von Bodenmais und Limoges steht.

	Vollg.	Ta ₂ O ₅
Bodenmais	5·75	22·79
Iserfluss	5·74	16·25
Limoges	5·70	13·80.

¹ Monatsb. der Berl. Akad. d. Wiss. 1871, p. 157 u. ff.

² Nouv. Arch. ph. natur. 23 u. ff.

Den oben erwähnten, im Granit bei Proschwitz (am sog. Proschwitzer Kamme) gefundenen Columbit und Tantalit habe ich jetzt in Arbeit und kann erst später darüber berichten.

Untersuchung des Iserits.

Den Namen Iserit habe ich desshalb gewählt, weil dieses Mineral in Gemeinschaft mit Iserin vorkommt und lange Zeit damit verwechselt wurde. Der Iserit bildet grössere Körner von circa 1—2 Cm. Durchmesser, besitzt einen zackigen Bruch, hat eine unvollkommene Spaltbarkeit, die sich nur deutlich beim Pressen zeigt, wenn die Richtung der Kraft normal zum Hauptschnitte steht. Das Volumgewicht des Minerals ist 4·52, also geringer als das des Iserins, was auf geringere Eisenmengen deutet. (Is. besitzt das Volumgewicht 4·680—4·781).¹ Der Iserit unterscheidet sich vom Iserin nicht nur durch den Bruch, welcher letztere beim Iserin muschelartig ist, und durch das Volumgewicht, sondern auch durch die Farbe; dieselbe erinnert an kapniker Zinkblende; in dünnen Lamellen ist der Iserit pellucid, honiggelb, in dickeren Lagen braun, die Flächen sind oft angelaufen. Unter den vielen Körnern, die ich theils selbst fand, theils durch besondere Gefälligkeit von Herrn Wilhelm Siegmund erhielt, fand ich auch etliche, die deutliche Krystallformen zeigten, u. z. tetragonal waren; auch ein Korn, das deutliche Zwillingsbildung zeigte, wie sie am Rutil beobachtet wird,² was auch vielleicht Manchen bewogen, diese Körner als Rutil, sogenannten Nigrin, zu bezeichnen.

Die Körner sind nicht magnetisch, enthalten kein Eisenoxyd, können somit auch nicht als identisch mit den von Ramelsberg untersuchten titansaurem Eisenoxyd ($TiO_2 = 57.2$) (Volumgewicht 4·40) betrachtet werden.

Die quantitative Analyse wurde wie beim Niobite ausgeführt; es ergab sich auch als Rückstand nach dem Aufschliessen mit Kaliumhydrosulfat etwas Niobsäure und Kieselsäure, beide wurden zusammen bestimmt.

¹ Ramelsberg gibt an — 4·752, ich fand jedoch namentlich die stark magnetischen Körner bei 4·781.

² Zwillinge verwachsen nach der Fläche P_{∞} .

Nach folgender Analyse

- a) bezieht sich auf abgerundete Körner Substanz = 0.4520,
 b) auf ein Korn mit deutlichen Krystallflächen 0.803(5).

Volumg. = 4.52	a	b	Metallgehalt	Sauerstoffgehalt
Titansäure	70.03	68.99	41.39	Ti 27.60
Eisenoxydul	28.77	28.57	22.22	Fe 6.35
Manganoxydul	—	1.41	1.09	Mn 0.32
Magnesiumoxyd	—	0.32	0.19	Mg 0.13
Niobsäure	}	0.44	—	
Kieselsäure				
		99.73		34.40.

Die qualitative Analyse ergab Spuren von FeO_3 . — Beim Glühen im Sauerstoffströme wurden circa 3%, also nahezu die dem FeO theoretisch entsprechende Menge gefunden, 2.95%, so dass das FeO_3 keinesfalls die Formel alterirt, wesshalb alles Fe auf FeO gerechnet wurde.

Inclusive der dem Mangan und Magnesium äquivalenten Eisenmenge ergibt sich für

$$\text{Fe} = 22.22 + 1.10 + 0.22 = 23.54,$$

woraus sich die Atomquotienten für

$$\begin{aligned} \text{Ti} : \text{Fe} : \text{O} \\ 2.04 : 1.00 : 5.12 \end{aligned}$$

berechnen, die Sauerstoffquotienten

$$\text{RO} : \text{RO}_2 = 1 : 4.07.$$

Die Formel ist somit FeTi_2O_5 , der Iserit also ein saures Titanat, welches sich in chemischer Beziehung dem Titanit (Sphen) anreicht, der ein isomorphes Gemische der sauren Silicate und Titanate des Kalkes ist. Berechnet man nach der normalen Formel die Procente und setzt alles Eisen als Oxydul an, inclusive der Mangan- und Magnesiummenge, so ergibt sich:

Berechnet	Gefunden
68·96	69·01
31·04	30·99
<hr/> 100·00	<hr/> 100·00.

Ausser diesen zwei Funden habe ich theils im „Saphirflössel“, theils im Pegmatit ein tantalitähnliches Mineral, Spinell, Pleonast, Cuprit, Zirkon (in sehr schönen Kryställchen) gefunden; Xenotim und Fergusonit, welche in Schreiberhau jenseits der Grenze sich vorfinden, konnte ich bislang nicht erhalten. Ich behalte mir vor, meine weiteren Resultate später zu veröffentlichen.
